

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-116774

(43)Date of publication of application : 26.04.1994

(51)Int.Cl.

C25C 7/02

C25B 11/00

C25D 17/10

H01M 4/04

(21)Application number : 04-289338

(71)Applicant : TANAKA KIKINZOKU KOGYO KK  
FURUYA CHOICHI

(22)Date of filing : 02.10.1992

(72)Inventor : FURUYA CHOICHI

### (54) METHOD FOR REMOVING SURFACTANT FROM BLANK MATERIAL SHEET FOR GAS DIFFUSION ELECTRODE

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently elute away a surfactant and to lessen the necessary amt. of a solvent by sending the solvent penetrated from one surface to the other surface of a blank material sheet for a gas diffusion electrode to a distillation device and using again the solvent which is cleaned after the surfactant is removed.

CONSTITUTION: A hydrophilic carbon black and/or water repellent carbon black, polytetrafluoroethylene and the surfactant (aq. soln.) are mixed. After this mixture is filtered, the filtrate is dried and pulverized and thereafter, the solvent (for example, solvent naphtha) is penetrated therein and the powder is rolled to form a sheet. This sheet is then heated to a prescribed temp. to evaporate the solvent, by which the blank material sheet 1 for the gas diffusion electrode is obtd. Next, the solvent (for example, toluene) 6 is passed from the one surface to the other surface of this sheet 1 to remove the surfactant and is sent to the distillation device 4 via a reflux path 7, by which the solvent is recovered. The recovered clean solvent is reused for removing the surfactant in the above- mentioned sheet 1.



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-116774

(43)公開日 平成6年(1994)4月28日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 5 C 7/02		7013-4K		
C 2 5 B 11/00		9046-4K		
C 2 5 D 17/10				
H 0 1 M 4/04				

審査請求 未請求 請求項の数 1(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-289338

(22)出願日 平成4年(1992)10月2日

(71)出願人 000217228

田中貴金属工業株式会社

東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号

(71)出願人 000165952

古屋 長一

山梨県甲府市中村町2番14号

(72)発明者 古屋 長一

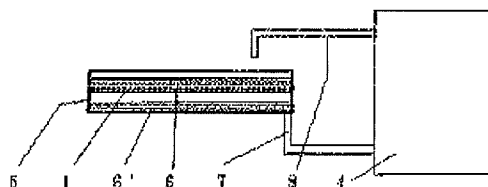
山梨県甲府市中村町2番14号

(54)【発明の名称】 ガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法

(57)【要約】

【目的】 ガス拡散電極用の反応層シートやガス拡散層シート等の素材シート中から界面活性剤を溶出除去する時間を大幅に短縮でき、しかも素材シートの単位処理量に対し蒸溜装置が小型のもので良いガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法を提供する。

【構成】 ガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸溜装置に回し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過して、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤を除去することを特徴とするガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法。



(2)

特開平6-116774

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 親水性カーボンブラック又は／及び撥水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に濾過、乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は濾過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に溶剤を界面活性剤の分解しない温度で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸留装置に回し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過してガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤を除去することを特徴とするガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、電解、燃料電池、電気メッキ、電気化学的リアクター等に用いるガス拡散電極の製造工程中、反応層シート、ガス拡散層シート等の素材シート中から界面活性剤を除去する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 ガス拡散電極は、反応層シートのみからなるものと、反応層シートとガス拡散層シートからなるものがある。従来、反応層シートのみからなるガス拡散電極を作るには、親水性カーボンブラック、撥水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し（このとき界面活性剤を添加しないとカーボンブラックが分散できない）、次に濾過し乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は濾過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去して反応層シートを作成し、然る後この反応層シートを裁断し、触媒の担持と加熱加圧のいずれかより先に行って電極を作成している。

【0003】 また、反応層とガス拡散層とからなるガス拡散電極を作るには、前記と同様に反応層シートを作成する一方、撥水性カーボンブラックとポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に濾過し、乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は濾過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去してガス拡散層シートを作成し、次いで前記反応層シートとガス拡散層シートを裁断し、両シートを重ね、加熱加圧して一体化した後、反応層シートのみに触媒を担持して電極を作成している。

【0004】 ところで、上記いずれのガス拡散電極の製造方法においても反応層シート及びガス拡散層シートを作成する直前に、圧延により成形したシートを加熱（280℃まで）して溶剤及び界面活性剤を蒸発及び分解除去しているが、実際には溶剤は蒸発するが、界面活性剤は一

2

部がタール状になってポリ四弗化エチレンおよびカーボンブラック上に残り、界面活性剤を全部除去することは甚だ困難であった。

【0005】 界面活性剤がポリ四弗化エチレンおよびカーボンブラック上にタール状に残っていると、ガス拡散電極の反応層にあっては、撥水性の微細な通路（撥水部）に水が浸入するようになり、撥水性の微細な通路（撥水部）と親水性の微細な通路（親水部）の接し合う面積が減少して電極が劣化し、寿命が短くなる。また、ガス拡散層にあっては、撥水性の微細な通路（撥水部）に水が浸入するようになり、水洩れしてくると同時に気体の出入が減り、電極が劣化し、寿命が短くなる。

【0006】 このようなことから近時、ガス拡散電極の製造工程中、圧延により成形した反応層シートやガス拡散層シート等の素材シートを、界面活性剤が分解しない温度で溶剤を加熱蒸発した後、図4に示すように該素材シート1を溶媒槽2中に浸漬し、素材シート1中の界面活性剤が取る程度溶出し、溶媒3が汚れたら、溶媒3を蒸留装置4へ回し、蒸留されたきれいな溶媒3を溶媒槽2中に入れることを数回以上繰り返すことが行われている。

【0007】 然し乍ら、素材シート1を溶媒槽2中に浸漬し、素材シート1中の界面活性剤が取る程度溶出するまでには、時間がかかり過ぎ、素材シート1中から界面活性剤を完全に溶出除去するには数回以上溶媒槽2中に浸漬しなければならないので、非常に時間がかかって能率が悪い。しかも素材シート1の浸漬処理に多量の溶媒を必要とし、蒸留装置4に大型のものが必要であった。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 そこで本発明は、素材シート中から界面活性剤を溶出除去する時間を大幅に短縮でき、しかも素材シートの単位処理量に対し蒸留装置が小型のもので良いガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法を提供しようとするものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するための本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、親水性カーボンブラック又は／及び撥水性カーボンブラック、ポリ四弗化エチレンを界面活性剤を添加して混合し、次に濾過、乾燥、粉碎して溶剤を添加するか又は濾過しケーキを作成して溶剤を浸透し、次いで圧延によりシートを成形し、次に溶剤を界面活性剤の分解しない温度で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シートから界面活性剤を除去するのに、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸留装置に回し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過してガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤を除去することを特徴とするものである。

## 【0010】

(3)

特開平6-116774

3

4

【作用】上記のように本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、ガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ溶媒を透過し、透過した溶媒を蒸溜装置に回し、界面活性剤を除去して清浄となった溶媒を再びガス拡散電極用素材シートの片面から他面へ透過するので、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤は、溶媒の積極的な透過により効率的に溶出除去され、完全に溶出除去するまでの時間が大幅に短縮される。また、ガス拡散電極用素材シートの界面活性剤の溶出除去処理に要する溶媒の量が少ないので、溶媒中から界面活性剤を除くための蒸溜装置は小型のもので良い。

【0011】

【実施例】本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の実施例を説明する。平均粒径 420 Å の親水性カーボンブラックと親水性カーボンブラックと平均粒径 0.3 μm のポリ四弗化エチレンディスパーションを 5 : 3 : 3 の割合で配し、これに界面活性剤、本例では商品名トライトンの 5% 水溶液を 120 の割合で添加して混合し、次に濾過器に注入して濾過し、乾燥、粉砕して溶剤本例ではソルベントナフサを 1.0 : 2.0 の割合で添加し、次いで圧延により 0.4mm 厚のシートを成形し、次にソルベントナフサを界面活性剤の分解しない温度 (60℃) で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シート (反応層素材シート) から界面活性剤であるトライトンを除去するのに、図 1 に示すようにガス拡散電極用素材シート 1 を透過槽 5 の中高部に張設し、該素材シート 1 の上面から下面へトルエン 6 を透過してトライトンを溶出し、透過後透過槽 5 の底に溜まったトライトンを含むトルエン 6' を還流路 7 を通して蒸溜装置 4 へ回し、蒸溜装置 4 でトライトンを除去して清浄となったトルエン 6 を再び供給路 8 を通して素材シート 1 の上面から下面へ透過して素材シート 1 中のトライトンを溶出除去する。この実施例に於いて、透過槽 5 の下部を減圧すると、トルエンの透過が一層良くなり、トライトンの溶出が促進されて、トライトンの溶出除去効率が向上する。

【0012】次に他の実施例を説明する。平均粒径 420 Å の親水性カーボンブラックと平均粒径 0.3 μm のポリ四弗化エチレン粉末を 7 : 3 の割合で配し、これにトライトンの 6% 水溶液を 200 の割合で添加して混合し、次に濾過器に注入して濾過し、乾燥、粉砕してソルベントナフサを 1 : 1.85 の割合で添加し、次いで圧延により 0.6mm 厚のシートを成形し、次にソルベントナフサを界面活性剤を分解しない温度 (60℃) で加熱蒸発して得たガス拡散電極用素材シート (ガス拡散層素材シート) からトライトンを除去するのに、図 2 に示すようにガス拡散電極用素材シート 1' を三段にした各透過槽 5 の中高部に張設し、該素材シート 1' の上面から下面へトルエン 6 を透過してトライトンを溶出し、透過後各透過槽 5 の底に溜まったトライトンを含むトルエン 6' を還流路 7 を通して蒸溜装置 4 へ回し、蒸溜装置 4 でトライトンを

除去して清浄となったトルエン 6 を再び供給路 8 を通して素材シート 1' の上面から下面へ透過して素材シート 1' 中のトライトンを除去する。この実施例に於いても、各透過槽 5 の下部を減圧すると、トルエンの透過が一層良くなり、トライトンの溶出が促進されて、トライトンの溶出除去効率が向上する。

【0013】上記の各実施例で判るように本発明によるガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法は、ガス拡散電極用素材シート 1、1' の上面から下面へトルエン 6 を透過し、透過したトルエン 6' を蒸溜装置 4 に回し、トライトンを除去して清浄となったトルエン 6 を再び素材シート 1、1' の上面から下面へ透過するので、素材シート 1、1' 中のトライトンはトルエン 6 の積極的な透過により効率的に溶出除去され、完全に溶出除去するまでの時間が大幅に短縮される。また素材シート 1、1' のトライトンの溶出除去に要するトルエン 6 の量が少ないので、トライトンを溶出したトルエン 6' からトライトンを除くための蒸溜装置 4 は小型のもので良い。

【0014】尚、上記各実施例の透過槽 5 は、図 3 に示す溶媒抽出槽 10 に代えても良いものである。即ち、大型の溶媒抽出槽 10 内に傾斜した透過槽 5' を複数平行に設け、この傾斜した各透過槽 5' に素材シート 1 (又は 1') を張設し、溶媒抽出槽 10 内にトルエン 6 を供給し、素材シート 1 (又は 1') の上面から下面にトルエン 6 を透過することにより素材シート 1 (又は 1') 中のトライトンを溶出除去することができ、トライトンを除去したトルエン 6' は還流路 7 を通って蒸溜装置 4 に至り、蒸溜装置 4 でトライトンを除去して清浄となったトルエン 6 は再び供給路 8 を通して素材シート 1 (又は 1') の上面から下面へ透過することにより、素材シート 1 (又は 1') 中のトライトンはトルエン 6 の積極的な透過により効率的に溶出除去される。

【0015】

【発明の効果】以上の通り本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法によれば、素材シート中の界面活性剤が溶媒の積極的な透過により効率的に溶出除去されるので、完全に溶出除去されるまでの時間が大幅に短縮される。また、ガス拡散電極用素材シート中の界面活性剤の溶出処理に要する溶媒の量が少ないので、溶媒中から界面活性剤を除くための蒸溜装置は小型のもので良い。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の一実施例を示す図である。

【図 2】本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の他の実施例を示す図である。

【図 3】本発明のガス拡散電極用素材シートからの界面活性剤の除去方法の変形例を示す図である。

【図 4】従来のガス拡散電極用素材シートからの界面活

(4)

特開平6-116774

5

6

性剤の除去方法を示す図である。

【符号の説明】

1、1' ガス拡散電極用素材シート

4 蒸溜装置

\* 5 透過槽

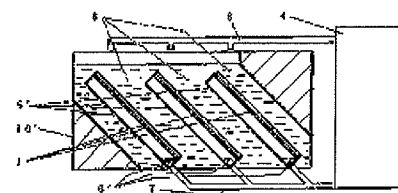
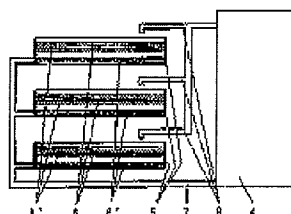
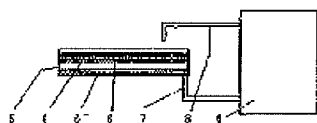
6 トルエン（溶媒）

6' トライトン（界面活性剤）を含むトルエン（溶媒）

【図1】

【図2】

【図3】



【図4】

